

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004 年 5 月 13 日 (13.05.2004)

PCT

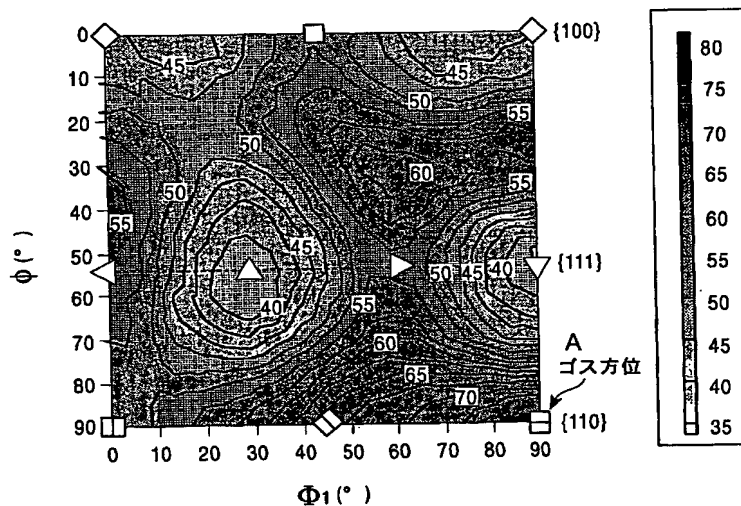
(10) 国際公開番号
WO 2004/040024 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C22D 8/12, (72) 発明者; および
C22C 38/00, 38/04, 38/60, H01F 1/16 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 寺島 敬
(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/013692 (TERASHIMA, Takashi) [JP/JP]; 〒100-0011 東京
(22) 国際出願日: 2003 年 10 月 27 日 (27.10.2003) 都 千代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E ス
(25) 国際出願の言語: 日本語 テール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 高島 稔
(26) 国際公開の言語: 日本語 (TAKASHIMA, Minoru) [JP/JP]; 〒100-0011 東京
(30) 優先権データ: 特願 2002-314055 都 千代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E ス
2002 年 10 月 29 日 (29.10.2002) JP テール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 早川 康之
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): J F E (HAYAKAWA, Yasuyuki) [JP/JP]; 〒100-0011 東京
スチール株式会社 (JFE STEEL CORPORATION) 都 千代田区 内幸町二丁目
[JP/JP]; 〒100-0011 東京 2 番 3 号 Tokyo (JP).
(74) 代理人: 落合 憲一郎 (OCHIAI, Kenichiro); 〒100-0011
東京都 千代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E ス
テル株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).
(81) 指定国 (国内): CA, CN, KR, US.

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GRAIN ORIENTED MAGNETIC STEEL SHEET AND GRAIN ORIENTED MAGNETIC STEEL SHEET

(54) 発明の名称: 方向性電磁鋼板の製造方法および方向性電磁鋼板



A...GOSS ORIENTATION

(57) Abstract: A method for producing a grain oriented magnetic steel sheet which uses, as a starting material, a steel being reduced to less than 100 ppm with respect to the content of Al and reduced to 50 ppm or less with respect to the respective contents of N, S and Se, wherein purification annealing is carried out at a temperature of 1050°C or higher, wherein when the purification annealing is carried out at a temperature higher than 1170°C, the partial pressure of hydrogen in the atmosphere for the purification annealing in a temperature region of higher than 1170°C is adjusted to 0.4 atm or less, and wherein when the purification annealing is carried out at a temperature of 1170°C or lower, the partial pressure of hydrogen in the atmosphere for the purification annealing in a temperature region of 1050°C or higher is adjusted to 0.8 atm or less. The method allows the avoidance of the deterioration of bend characteristics which has been conventionally associated with the reduction of above impurity elements.

[続葉有]



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(57) 要約: Alを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減した鋼を出発材とした方向性電磁鋼板の製造方法において、純化焼鈍を1050°C以上の温度域で施すとともに、この純化焼鈍温度が1170°Cを超える場合は、1170°Cを超える温度域における雰囲気の水素分圧を0.4atm以下に、また、この純化焼鈍温度が1170°C以下の場合は、1050°C以上の温度域における雰囲気の水素分圧を0.8atm以下に、それぞれ調整することにより、上記不純物元素の低減に伴うベンド特性の劣化を回避する。

明 細 書

方向性電磁鋼板の製造方法および方向性電磁鋼板

技術分野

この発明は、磁気特性およびベンド特性の良好な方向性電磁鋼板およびそれを安定して製造する方法に関するものである。なお、鋼板の形状はとくに限定されないが、帯状 (strip-shaped)、すなわち鋼帯として製造した場合、とくに本発明は有利な効果を奏するものである。

背景技術

[従来の技術]

方向性電磁鋼板の製造に際しては、インヒビターと呼ばれる析出物を使用して、最終仕上焼鈍中にGoss方位粒と呼ばれる $\{110\} \langle 001 \rangle$ 方位粒を優先的に二次再結晶させることが、一般的な技術として使用されている。

例えば、インヒビターとしてMnS、MnSeを使用する方法 (特許文献1に開示) や、AlNを使用する方法が工業的に実用化されている。また、BNやTi、Zr、V等の窒化物を使用する方法も知られている。

ところで、特許文献1などに記載される従来の方法においては、最終仕上焼鈍は、通常、二次再結晶焼鈍と、引き続き施される、被膜形成並びに純化を目的とした純化焼鈍とからなる。

二次再結晶焼鈍は種々の雰囲気で行なわれるが、インヒビターとして有効な窒化物の挙動を安定させるために窒素を含有する雰囲気下で行うことが好適とされている。

他方、純化焼鈍は、インヒビター成分等の鋼中不純物の除去を促進するために、一般に水素を主体とした雰囲気中、好ましくは水素雰囲気中で行われる。とくに、雰囲気中の窒素量が高いと鋼中の窒素の低減が進まず、磁気特性の改善が少ないため、窒素はあまり用いられない。例えば、純化焼鈍における窒素雰囲気 (0.1~0.4atm程度) の悪影響が、特許文献2に記載されている。

なお、純化焼鈍は一般に1180℃以上で行なわれることが好適とされる。純化焼鈍の温度が1180℃未満では、鋼中のSおよびSeに代表される不純物が純化不良になり、この純化不良が原因でベンド特性の劣化をまねくことになる。

ここで、ベンド特性は、JIS C 2550に規定された繰り返し曲げ試験に従って評価される。すなわち、鋼板より幅30mmの試験片を切り出し、これに張力をかけつつ繰り返し直角に曲げて、試験片に生じた亀裂が板を板厚方向に貫通するまでの回数を測定して評価される。

インヒビターを用いる方法は、安定して二次再結晶粒を発達させるのに有用な方法であるが、析出物を微細に分散させなければならないので、熱延前のスラブ加熱を1300℃以上の高温で行うことが必要とされる。

しかしながら、スラブの高温加熱は、(1) 設備コストが嵩む、(2) 熱間圧延時に生成するスケール量が増大するので歩留りが低下する、(3) 設備のメンテナンスが煩雑になる、等の問題がある。

これに対して、インヒビターを使用しないで方向性電磁鋼板を製造する方法が、特許文献3、特許文献4および特許文献5等に関示されている。

これらの技術に共通していることは、表面エネルギーを駆動力として{110}面を優先的に成長させることを意図していることである。そのため、予め鋼板中の不純物を低減した後、表面酸化物の生成を抑制すべく雰囲気を制御した状態で高温の最終仕上焼鈍を行って2次再結晶を促している。

例えば、特許文献3には、電解鉄等の高純度の原料を溶製して得られた珪素鋼板を板厚0.2mm以下に圧延した後、1180℃以上の温度で、しかも焼鈍雰囲気として真空または不活性ガス、あるいは水素ガスまたは水素ガスと窒素ガスとの混合ガスを使用して熱処理を施し、{110} <001>方位の集積した再結晶組織を得る技術が記載されている。

また、特許文献4には、市販の珪素鋼帯等にAlNやMnS等の不純物を純化する目的で焼鈍分離剤を塗布し、水素ガス中で、1100～1200℃で3時間以上の純化处理を施した後、冷延を施して板厚0.15mm以下とし、その後、950～1100℃の温度でAr等の不活性ガス雰囲気、水素ガス雰囲気、または水素ガスと不活性ガスの混合雰囲気で、

しかも好ましくはこれらを減圧して、2次再結晶焼鈍を施す技術が記載されている。

さらに、特許文献5には、特に悪影響の大きい不純物であるSを10ppmに低減した珪素鋼を用い、1000～1300℃の温度で酸素分圧が0.5 Pa以下の非酸化性雰囲気中または真空中で10分以下の短時間最終仕上焼鈍を行うことが記載されている。

これらの技術においては2次再結晶後の純化焼鈍は重視されておらず、とりたてて純化焼鈍は開示されていない。

上記の表面エネルギーを用いた製造方法では、スラブ加熱温度は従来のように高温である必要はないが、以下に述べる幾つかの問題点を有している。

まず、表面エネルギー差を有効に利用するためには、表面の寄与を大きくするために板厚を薄くすることが必然的に要求される。例えば、特許文献3および4に開示の技術では板厚が0.2mm以下および0.15mm以下に、それぞれ制限されている。

しかしながら、現在使用されている方向性電磁鋼板の板厚は0.20mm以上がほとんどであるため、上記したような表面エネルギーを利用した方法で磁気特性に優れた方向性電磁鋼板を製造することは難しい。

また、前述のように、2次再結晶のための最終仕上焼鈍の雰囲気として不活性ガスや水素が必要とされ、さらに推奨される条件として真空とすることが要求される。しかし、高温と真空の両立は設備的には極めて難しく、またコスト高ともなる。

さらに、表面エネルギーを利用した場合には、原理的には{1 1 0}面の選択のみが可能であるにすぎず、圧延方向に<0 0 1>方向が揃ったゴス粒の成長が選択されるわけではない。

方向性電磁鋼板は、圧延方向に磁化容易軸<0 0 1>を揃えてこそ磁気特性が向上するので、{1 1 0}面の選択のみでは原理的に良好な磁気特性は得られない。そのため、表面エネルギーを利用する方法で良好な磁気特性を得ることができる圧延条件や焼鈍条件は極めて限られたものとなり、その結果、得られる磁気特性は不安定とならざるを得ない。

さらにまた、表面エネルギーを利用する方法では、表面酸化層の形成を抑制して最終仕上焼鈍を行わねばならず、焼鈍分離剤を塗布した状態で焼鈍することができない。このため、最終仕上焼鈍後に通常の方法で方向性電磁鋼板と同様な酸化物被膜を形

成することはできない。例えば、フォルステライト被膜は、焼鈍分離剤として MgO を主成分として塗布した時に形成される被膜であるが、この被膜は鋼板表面に張力を与えて鉄損を改善する。また、リン酸塩を主体とする絶縁張力コーティングをフォルステライト被膜の上に形成させると、当該コーティングの密着性を確保してさらに鉄損を改善することができるが、フォルステライト被膜の無い場合には密着性が得られないために鉄損は大幅に劣化する。

そこで、発明者らは、インヒビター形成成分を含有しない素材について、粒界移動速度差を制御することにより（詳しくは後述する）、Goss方位結晶粒を二次再結晶により発達させる技術を、特許文献6および特許文献7等で提案した。これらの技術は、表面エネルギーを用いることなく結晶粒をGoss方位に揃えることが可能であるため、上記の種々の問題を解決することが出来る。例えば、この技術では鋼板表面状態の制約がなく、従って最終仕上焼鈍時に焼鈍分離剤を塗布してフォルステライト被膜等の被膜を形成し、鉄損等の改善を図ることができる。特許文献6等で提案される方向性電磁鋼板を、便宜上、インヒビターフリー鋼板と呼ぶこととする。

特許文献6等に提案した技術においては、Al含有量を所定の範囲に低減し、SおよびSeの含有量も制限しているため、従来の意味での純化焼鈍は必ずしも必要ではなく、2次再結晶焼鈍後はフォルステライト被膜等の被膜の形成に必要な温度まで昇温すればよい。例えば、特許文献6においては、窒素雰囲気、窒素含有雰囲気等の雰囲気中で $950^{\circ}\text{C} \sim 1050^{\circ}\text{C}$ 程度まで $15 \sim 20^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 程度の速度で加熱して焼鈍を終える最終仕上焼鈍条件が示されている。

しかし、これは純化焼鈍を禁ずるものではなく、鋼中不純物をさらに低減させる純化焼鈍は、さらなる磁気特性の改善のためにはむしろ有効である。例えば、特許文献7には、最終仕上焼鈍として、 1180°C まで水素50%—窒素50%雰囲気中で昇温後、水素雰囲気中で、 1180°C で5時間の保持処理を行なう技術が開示されている。ただし、インヒビター成分を含む素材を用いた場合に比べ、操業上の負荷は軽減される。例えば、より低温での純化焼鈍で十分な効果を得ることが出来る。

なお、2次再結晶焼鈍と純化焼鈍の境界が曖昧な技術も有り、例えば前記特許文献7では最終仕上焼鈍として、 1100°C 程度まで水素50%—窒素50%雰囲気中で2

0℃/h程度で昇温する技術や、水素雰囲気中にて1200℃まで15℃/hで加熱する技術が、開示されている。

なお、特許文献8には、多少趣旨は異なるが、インヒビターを含まない鋼を用いて、窒素雰囲気、Ar雰囲気、水素雰囲気、水素50%－窒素50%雰囲気、窒素50%－Ar50%雰囲気などの各雰囲気中で、1000～1150℃程度で最終仕上焼鈍を施す技術が開示されている。

〔特許文献1〕： 特公昭51－13469 号公報

〔特許文献2〕： 特開平11－158557 号公報

〔特許文献3〕： 特開昭64－55339 号公報

〔特許文献4〕： 特開平2－57635 号公報

〔特許文献5〕： 特開平7－197126号公報

〔特許文献6〕： 特開2000－129356号公報

〔特許文献7〕： 特開2000－119824号公報

〔特許文献8〕： 特開2000－119823号公報

発明の開示

〔発明が解決しようとする課題〕

前述のように、鋼中のSおよびSeに代表される不純物が純化不良で充分低減されないと、ベンド特性の劣化をまねくことになる。これに対して、インヒビターフリー鋼板においては、純化焼鈍後のSおよびSeの残留量が、ベンド特性に影響を及ぼさないレベルに純化されている筈である。それにもかかわらず、インヒビターフリー鋼板において製品板のベンド特性が劣化することがあるという、新たな問題が明らかとなった。すなわち、従来、ベンド特性劣化の原因であった、SおよびSeの純化不良以外に、その原因があることが示唆された。

なお、ベンド特性に劣ると、鋼板の打ち抜きラインの途中で鋼板が破断したり、巻トランスの製造において鋼板に割れが発生したりし易くなる。これらの問題は、例えば鋼帯として製造される電磁鋼板の、幅方向の一部のみ（例えば幅方向端部）でベンド性が劣っても発生する。

この発明は、上記特許文献6等の開示した、インヒビターを用いない方向性電磁鋼板（インヒビターフリー鋼板）の製造技術を改良し、ベンド特性の劣化を回避しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

この発明の要旨構成は、次のとおりである。

(1) C : 0.08mass%以下、Si : 2.0 ~ 8.0 mass%およびMn : 0.005 ~ 3.0 mass%を含む鋼スラブを圧延して冷延鋼板とし、次いで必要に応じて脱炭焼鈍を行い、その後必要に応じて焼鈍分離剤を塗布し、二次再結晶焼鈍を施し、引き続き純化焼鈍を施す工程を含む方向性電磁鋼板の製造方法において、前記鋼スラブはAlを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減した成分組成を有し、該純化焼鈍を1050℃以上の温度域で施すとともに、この純化焼鈍温度が1170℃を超える場合は、1170℃を超える温度域における雰囲気の水素分圧を0.4 atm以下に、また、この純化焼鈍温度が1170℃以下の場合は、1050℃以上の温度域における雰囲気の水素分圧を0.8 atm以下に、それぞれ調整することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

ここで、MgOを主成分とする焼鈍分離剤を、上記焼鈍分離剤として用いることが好ましい。

また、ここで、前記圧延工程は、前記鋼スラブに熱間圧延を施し、その後必要に応じて熱延板焼鈍を施し、さらに1回の冷間圧延か、または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して、前記冷延鋼板とする工程を含むことが好ましい。

さらに、前記純化焼鈍において、水素分圧を制御した前記雰囲気中の窒素が体積分率で50%未満であることが好ましい。

(2) 上記(1)およびその好適な様態において、鋼スラブが、さらに、Ni : 0.005 ~ 1.50mass%およびCu : 0.01 ~ 1.50mass%のいずれか1種または2種を含有する成分組成を有することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

(3) 上記(1) または(2) およびそれらの好適な様態において、鋼スラブが、さら

に、Cr、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で0.0050～0.50mass%にて含有し、かつ、前記純化焼鈍温度が1170℃を超える場合は、1170℃を超える温度域における雰囲気の水素分圧を0.2 atm 以下に、また、前記純化焼鈍温度が1170℃以下の場合は、1050℃以上の温度域における雰囲気の水素分圧を0.6 atm 以下に、それぞれ調整することを特徴とするベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法。

なお、ここで上記添加元素は、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上とすることが好ましい。

(4) 上記(1)～(3)のいずれか、およびそれらの好適な様態において、前記圧延が、冷延鋼帯を得る冷間圧延工程を含み、該冷延鋼帯に前記二次再結晶焼鈍および前記純化焼鈍を施して帯状の(strip-shaped)方向性電磁鋼板を得ることを特徴とする、ベンド特性に優れる方向性電磁鋼板の製造方法、およびその方法で製造される、帯状の(strip-shaped)方向性電磁鋼板(方向性電磁鋼帯とも言う)。

(5) 最終仕上焼鈍および平坦化工程(平坦化焼鈍および張力被膜付与工程を含む工程)により得られる、Si:2.0～8.0 mass%、Mn:0.005～3.0 mass%およびN:35ppm以下を含む成分組成を有する帯状の方向性電磁鋼板であって、幅方向の全域に渡り、JIS C 2550記載の試験方法による繰返し曲げ回数が6回以上であることを特徴とする、帯状の方向性電磁鋼板。

図面の簡単な説明

図1は、最終仕上焼鈍前における方位差角が20～45°である粒界の、各方位粒に対する存在頻度(%)を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、この発明を具体的に説明する。

この発明では、インヒビターを使用しないで二次再結晶を発現させる方法を利用する。

さて、発明者らは、Goss方位粒が優先的に二次再結晶する理由について鋭意研究

を重ねた結果、一次再結晶組織における方位差角が $20\sim 45^\circ$ である粒界が重要な役割を果たしていることを発見し、Acta Material 45巻 (1997) 1285頁に報告した。

すなわち、発明者らは、方向性電磁鋼板の二次再結晶直前の状態である一次再結晶組織を解析し、様々な結晶方位を持つ各々の結晶粒周囲の粒界について、粒界方位差角が $20\sim 45^\circ$ である粒界の、全体に対する割合 (mass%) について調査した。その結果を、図1に示す。図1において、結晶方位空間はオイラー角 (Φ_1 、 Φ 、 Φ_2) の $\Phi_2=45^\circ$ 断面を用いて表示しており、Goss方位などの主な方位を模式的に表示してある。

図1より、方位差角 $20\sim 45^\circ$ である粒界の存在頻度は、Goss方位において最も高いことがわかる。

C. G. Dunnらによる実験データ (AIME Transaction 188巻 (1949) 368 頁) によれば、方位差角 $20\sim 45^\circ$ の粒界は高エネルギー粒界である。高エネルギー粒界では、粒界内の自由空間が大きく乱雑な構造をしている。粒界拡散は、粒界を通じて原子が移動する過程であるので、粒界中の自由空間の大きい高エネルギー粒界のほうが、粒界拡散が速い。

従来の方法における二次再結晶は、インヒビターと呼ばれる析出物の拡散律速による成長・粗大化に伴って発現することが知られている。以上の知見から、高エネルギー粒界上の析出物は、最終仕上焼鈍中に優先的に粗大化が進行するので、Goss方位となる粒の粒界が優先的にピン止めがはずれて粒界移動を開始し、Goss方位粒が成長すると考えられる。

発明者らは、上記の研究をさらに発展させて、下記の結論を得た。

要約すれば、従来法では一次再結晶組織中のGoss方位粒は高エネルギー粒界を多く含み、インヒビターの役割は、高エネルギー粒界であるGoss方位粒の粒界と他の粒界との移動速度差を生じさせることにある。従って、インヒビターを用いなくとも、粒界の移動速度差を生じさせることができれば、二次再結晶においてGoss方位を集積させることが可能となる。

さて、高エネルギー粒界は本来は他の粒界より移動速度が高いはずである。しかし、鋼中に存在する不純物元素は、粒界とくに高エネルギー粒界に偏析し易いため、不純物元素を多く含む場合には、高エネルギー粒界と他の粒界との移動速度に差が

なくなっているものと考えられる。

よって、素材を高純度化し、不純物元素の上記影響を排除することにより、粒界の構造に依存する本来的な移動速度差が顕在化して、Goss方位粒を優先的に二次再結晶させることが可能になる。

以上が、インヒビターフリー鋼板の製造原理である。

さて、上述したように、インヒビターフリー鋼板においても残存する不純物の純化や、フォルステライト被膜等の形成を目的として、純化焼鈍を施す場合があるが、その際、ベンド特性が劣化することが、新たに判明した。

そこで、インヒビターフリー鋼板においてベンド特性が劣化する原因を調査したところ、ベンド不良となる直接の原因は、窒化珪素等のSi窒化物の粒界への析出に伴う粒界強度の低下が原因であることが判明した。

このSi窒化物の粒界への析出は、純化焼鈍後においても地鉄中に窒素が残留していることが一因であると考えられる。よって理論上は純化焼鈍を充分行なうことによりベンド特性の劣化は回避できる可能性があるが、コイル内での純化度合いが均一ではないために、純化によるベンド不良の回避には限界がある。

また、従来のS、Se等をインヒビターとして用いる製造方法では、鋼中のインヒビター成分により被膜の形成反応が遅れるため、鋼中の窒素の純化が容易である。しかし、インヒビターフリー鋼板では鋼中不純物が元々少ないため、緻密な被膜が形成されやすく、鋼中の窒素の純化がむずかしい。このためSi窒化物として粒界に析出することを回避する新しい方法が求められる。

そこで、さらにコイルを詳しく調べた結果、コイル端部（幅方向）とコイル中央部（同）との間で窒素残留量に差がないにも関わらず、コイル端部でのみベンド特性が不良となることがわかった。ここで、コイル端部とは、コイルの幅方向の最端部と最端部から100mm程度の位置との間の領域を指すものとする。

つまり、地鉄中の窒素を完全に純化しなくとも、窒素を鋼中に残留させた状態でSi窒化物の粒界への析出を防止することにより、ベンド特性を改善させる可能性があることが示唆されたのである。そこで、発明者らは、鋼中に窒素を残留させたま

まSi窒化物の粒界への析出を防止できる条件を鋭意検討した結果、純化焼鈍時の水素分圧を焼鈍温度に応じて規制することによって、Si窒化物の粒界析出を防止できることを見出し、この発明を完成するに到った。

ここで、上記の手段によりSi窒化物の粒界析出を防止できる理由は定かではないが、発明者らは以下の様な理由であると考えている。

まず、鋼板を高温の水素雰囲気下で焼鈍することにより、水素侵食がおり二次再結晶粒の粒界が脆化する、つまり粒界にマイクロボイドやフィシャーが形成される。このマイクロボイド等は、金属表面が露出している状態であることから、純化焼鈍の降温途中でSi窒化物が金属表面の露出部分、つまり粒界のマイクロボイド等に優先的に析出すると考えられる。水素侵食現象が関わっているという推測は、Sb等の水素侵食促進元素として知られる元素の量が鋼中に増加するとベンド不良部分がより広がる、という調査結果からも、裏付けられる。

つまり、高温かつ水素分圧が高い条件下で純化焼鈍を施すために、Si窒化物の粒界析出が起りやすくなるので、これらの条件を回避することによってベンド特性は改善されるのである。

以下に、この発明の電磁鋼板の製造方法について、各構成要件の限定理由を述べる。

まず、電磁鋼素材（通常は鋼スラブ）の成分組成は、C：約0.08mass%以下、Si：約2.0～約8.0 mass%およびMn：約0.005～約3.0 mass%を含み、かつAlを約100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ約50ppm以下（質量ppm。以下同様）に低減したものとする。

C：約0.08mass%以下

素材段階でC量が約0.08mass%を超えていると、脱炭焼鈍を施してもCは磁気時効の起こらない約50ppm以下に低減することが困難になるため、C量は約0.08mass%以下に制限しておく必要がある。材質特性上、C量の下限はなく、実質的に0 mass%としても問題は無いが、約1ppm程度への低減が工業的限界とされている。

Si : 約2.0 ~ 約8.0 mass%

Siは、電気抵抗を高めて鉄損の向上に有効に寄与するが、含有量が約2.0 mass%に満たないと十分な鉄損低減効果が得られず、一方約8.0 mass%を超えると加工性が劣化するため、Si量は約2.0 ~ 約8.0 mass%とする。

Mn : 約0.005 ~ 約3.0 mass%

Mnは、熱間加工性を良好にするために必要な元素であるが、約0.005 mass%に満たないとその添加効果に乏しく、一方約3.0 mass%を超えると磁束密度が低下するため、Mn量は約0.005 ~ 約3.0 mass%とする。

Al : 約100ppm未満かつN、SおよびSe : それぞれ約50ppm 以下

不純物元素であるAlは約100ppm未満、SおよびSeについてはそれぞれ約50ppm以下に低減することが、良好な二次再結晶を実現する上で必要になる。ここで、Alは約20ppm~約100ppmの範囲で含有することが好ましい。ここでAlの下限値はAlの低減コストの観点からの好適値である。また、SおよびSeについては、約45ppm以下とすることがさらに好ましい。

Nについては、純化焼鈍後のSi窒化物の生成を防止するために約50ppm 以下に低減することが望ましい。なお、好ましい範囲は約50ppm以下である。

これらの不純物は少ないほど好ましいので、0 ppmでもよいが、低減の工業的限界は1ppm程度と考えられる。

その他、窒化物形成元素であるTi、Nb、B、TaおよびV等についても、それぞれ約50ppm以下に低減することが鉄損の劣化を防ぎ、良好な加工性を確保する上で有利である。なお、Tiは20ppm以下とすることがさらに好ましい。

以上、必須成分および抑制成分について説明したが、この発明では、その他にも以下に述べる元素を適宜含有させることができる。

すなわち、熱延板組織を改善して磁気特性を向上させる目的で、Ni : 約0.005

～約1.50mass%およびCu:約0.01～約1.50mass%のいずれか1種または2種を添加することができる。しかしながら、それぞれの添加量が下限値未満では磁気特性の向上量が小さく、一方上限値を超えると二次再結晶が不安定になり磁気特性が劣化するため、それぞれ上記の範囲とすることが好ましい。

さらに、鉄損の向上を目的として、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で約0.0050～約0.50mass%にて添加することができる。あるいは前記元素群にさらにCrを加えたグループから選ばれる1種または2種以上を合計で約0.0050～約0.50mass%にて添加することもできる。しかしながら、これらの元素の合計含有量が下限値に満たないと鉄損向上効果が小さく、一方上限を超えると二次再結晶粒の発達が抑制されるため、いずれも上記範囲で添加することが好ましい。

残部は鉄および不可避的不純物とすることが好ましい。ここで、不可避的不純物としては、上記で述べたもの以外に、O等がある。Oの含有量は約40ppm以下が好ましい。

次に、上記の好適成分組成に調整した溶鋼を、転炉、電気炉などを用いる公知の方法で精錬し、必要があれば真空処理などを施したのち、通常の造塊法や連続 casting 法を用いてスラブ（鋼スラブ）を製造する。また、直接 casting 法などを用いて約100mm以下の厚さの薄 casting 片を直接製造してもよい。

スラブは、通常の方法で加熱して熱間圧延するが、 casting 後、加熱せずに直ちに熱間圧延に供してもよい。また、薄 casting 片の場合には、熱間圧延を行っても良いし、熱間圧延を省略してそのまま以後の工程に進めてもよい。

熱間圧延前のスラブ加熱温度は約1250℃以下に抑えることが、熱間圧延時に生成するスケール量を低減する上で特に望ましい。また、結晶組織の微細化および不可避的に混入するインヒビター形成成分の弊害を無害化して、均一な整粒の一次再結晶組織を実現する意味でもスラブ加熱温度の低温化が望ましい。他方、熱延設備の負荷の観点から、通常は約1000℃以上に加熱する。好ましいスラブ加熱温度は、約

1100～約1250℃である。

次いで、必要に応じて熱延板焼鈍を施す。例えば、熱延板焼鈍により、製品板のガス組織を高度に発達させることができる。

この効果を得るためには、熱延板焼鈍温度は約800～約1100℃の範囲が好適である。熱延板焼鈍温度が約800℃未満では熱間圧延でのバンド組織が残留し、一次再結晶組織の整粒の程度が低下するため二次再結晶の発達が不十分となる。一方、熱延板焼鈍温度が約1100℃を超えると、熱延板焼鈍後の粒径が粗大化し、整粒の一次再結晶組織を実現する上で好ましくない。さらに好ましい熱延板温度は、約900～約1100℃である

上記熱間圧延後、又は熱延板焼鈍後、冷間圧延を施す。冷間圧延は1回でもよいし、必要に応じて複数回行なってもよい。冷間圧延を複数回施す場合は、通常、中間焼鈍を各冷間圧延の間に施す。中間焼鈍の条件は常法に従えばよい。なお、スラブ等を出発材とする通常の工程では、冷間圧延された鋼板は帯状の、冷延鋼帯となる。

冷間圧延に際しては、圧延温度を約100～約300℃とすること、および／または冷間圧延の途中で約100～約300℃の範囲での時効処理を1回または複数回行うことが、ガス組織を発達させる点で有効である。

冷間圧延ののち、必要に応じて脱炭焼鈍を行い、Cを磁気時効の起こらない約50ppm以下に低減する。好ましくは約30ppm以下に低減する。

脱炭焼鈍は、湿潤雰囲気を使用して約700～約1000℃の温度範囲で行うことが好適である。

なお、冷間圧延と二次再結晶焼鈍の間で、浸珪法によってSi量を増加させてもよい。とくに脱炭焼鈍後に浸珪法を併用すると便利である。

その後、MgOを主体とする焼鈍分離剤を適用して、二次再結晶焼鈍および純化焼鈍からなる最終仕上焼鈍を施すことにより二次再結晶組織を発達させるとともに

フォルステライト被膜を形成させる。ここでMgOは焼鈍分離剤の約80mass%以上含有することが好ましい。

なお、必要に応じてMgO以外を主成分とする焼鈍分離剤を代わりに用い、非フォルステライト被膜を形成させてもよい。これらの焼鈍分離剤としては、 Al_2O_3 や SiO_2 を主成分としたもの等が考えられる。また必要に応じて焼鈍分離剤の塗布を省略しても良い。

ここで、二次再結晶焼鈍は、二次再結晶発現のために約800℃以上で行うことが有利である。ちなみに、この800℃までの加熱速度は、磁気特性に大きな影響を与えないので任意の条件でよい。なお、二次再結晶焼鈍は約1050℃以下で施すことが好ましく、とくに均熱処理を施す場合は約900℃以下とすることがとりわけ好ましい。

なお、二次再結晶焼鈍は上記温度範囲で少なくとも10時間以上の処理を行なうことが好ましい。このため、最終仕上焼鈍においては一般に、冷延鋼帯はコイル状としてバッチ型の焼鈍を施される。

引き続き行う純化焼鈍では、良好なフォルステライト被膜等を形成させる観点から、焼鈍温度は約1050℃以上とすることが好ましい。なお、コスト等の観点から上限は約1300℃とする。純化焼鈍時間は1～20時間が好適である。

さらに、純化焼鈍では、ベンド特性の劣化を回避するために、下記のように焼鈍雰囲気进行调整することが肝要である。

- ・純化焼鈍温度が1170℃以下である場合、1050℃以上の温度域では雰囲気の水素分圧を約0.8 atm 以下に調整する。
- ・純化焼鈍温度が1170℃を超える場合、1170℃を超える温度域では雰囲気の水素分圧を約0.4 atm 以下に調整する。

すなわち、前者の場合に1170℃以下の温度域で水素分圧が約0.8 atm を超えたり、後者の場合に1170℃を超える温度域で水素分圧が約0.4 atm を超えたりすると、とくに雰囲気の影響を強く受けるコイルの幅方向端部において水素浸食により粒界

にボイドが生成する。そして、鋼中に固溶していた N_2 が冷却過程でボイド上にSi窒化物として析出し、ベンド不良を引き起こす。よって、少なくともコイルの幅方向端部に水素を上記範囲内に限定した雰囲気を作用させることで、ベンド不良を防止することが出来る。

なお、純化焼鈍温度が $1170^{\circ}C$ を超える場合、 $1050^{\circ}C \sim 1170^{\circ}C$ の温度域の雰囲気の影響は相対的に小さいため、この温度域での水素濃度を制限する必要はない。

さらに、爆発防止の観点から、純化焼鈍における焼鈍炉内の全圧は 1.0 atm 以上とすることが好ましい。その際、水素分圧を調整するためのガスとしては、Ar、NeおよびHe等の不活性ガスが好ましい。窒素を用いることは禁止されないが、鋼中窒素の純化を促進させる目的からは好ましくなく、窒素は用いるとしても50体積%未満が好ましい。より好ましくは30体積%未満であり、さらに好ましくは15体積%以下である。最も好ましくは実質的に0体積%である。

なお、上述したように、鋼中にはCr、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdの1種または2種以上を、鉄損の改善を目的として含有させることができる。しかし、これらの元素の含有量が多くなると水素侵食が加速される。そこで、これらの元素が合計で約0.0050mass%以上含まれる場合は、下記の焼鈍雰囲気の条件を上記に代えて適用することが好ましい。

- ・ 純化焼鈍温度が $1170^{\circ}C$ 以下である場合、 $1050^{\circ}C$ 以上の温度域では雰囲気の水素分圧を約 0.6 atm 以下に調整する。
- ・ 純化焼鈍温度が $1170^{\circ}C$ を超える場合、 $1170^{\circ}C$ を超える温度域では雰囲気の水素分圧を約 0.2 atm 以下に調整する。

ちなみに、これらの水素侵食を加速させる元素が合計で約0.5 mass%よりも多くなると、この発明の方法をもってしてもベンド特性改善の効果が得られなくなるため、0.5 mass%以下とする必要がある。

既に述べたように、二次再結晶焼鈍および純化焼鈍は通常、連続的に施され、全

体を最終仕上焼鈍と称する。しかし理論上は、二次再結晶焼鈍および純化焼鈍を、別々の焼鈍工程として、この順番に行なっても問題はない。この場合、焼鈍分離剤の塗布はどちらの焼鈍の前に行なっても良い。

純化焼鈍後は、必要に応じて平坦化焼鈍により形状矯正する。なお、鉄損を改善するために、鋼板表面に張力を付与する絶縁コーティングをさらに施すことが有効である。平坦化焼鈍、張力被膜付与工程、およびこれらに付随する工程を合わせて、本発明では平坦化工程と呼ぶものとする。

本発明による電磁鋼板を、最終仕上焼鈍をコイルのバッチ焼鈍により施して製造した場合、コイルの幅方向全域に渡り良好なベンド特性を得ることができる。すなわち、最終仕上焼鈍後のベンド特性は幅方向端部に到るまで、劣化していない。このため、最終仕上焼鈍後、平坦化焼鈍等の平坦化工程を経ても端部ベンド特性は良好である。さらに、これらの平坦化工程やその後の工程における通板性も良好である。

なお、本発明により得られた電磁鋼板の組成（フォルステライト等の被膜を除外した値）は、Cが約50ppm以下に低減され、またS、SeおよびAlが純化处理により約15ppm以下に低減される。またNも純化处理により低減されて約35ppm以下となる（通常の分析限界は約5ppm）。その他の成分はスラブ組成とほぼ同じである。

〔実施例〕

実施例 1

C : 0.050 mass%、Si : 3.25mass%、Mn : 0.070 mass%、Al : 80ppm、N : 40ppm、S : 20ppm およびSe : 20ppm を含有し、残部は実質的に鉄および不可避免的不純物からなる鋼スラブを、1200℃の温度に加熱後、熱間圧延にて2.2 mm厚の熱延板コイルとした。この熱延板に1000℃の温度で30秒間の熱延板焼鈍を施し、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延し、最終板厚0.28mmとした。その後、脱脂処理を行い、均熱温度840℃で120秒間保持する、脱炭焼鈍の後、MgOを90mass%、TiO₂を10mass%含有する焼鈍分離剤を塗布してから冷延鋼帯コイルにバッチ焼鈍型の最終仕上焼鈍を施し、製品板とした。

最終仕上焼鈍に際しては、850℃にて約50時間保持する二次再結晶焼鈍と、引き続き表1に示す種々の純化焼鈍温度までを25℃/hの速度で昇温し、該温度にて5時間均熱する純化焼鈍とを施した。ここで、純化焼鈍温度が1170℃を超える場合は1170℃を超える温度域での、また純化焼鈍が1170℃以下の場合は1050℃以上の温度域での、雰囲気中の水素分圧を表1の各値に調整した。なお、前記雰囲気的全圧は1.0atmとし、残部ガスはArとした。

かくして得られた製品板について、磁気特性 (B_g : 磁化力800A/mにおける磁束密度) およびベンド特性を調査した結果について、表1に示す。なお、製品板において、C、Al、S、Seは15ppm未満の含有量であった。

ここで、磁気特性はコイルのベンド特性を評価した部位の特性を測定した。また、ベンド特性は、コイルの幅方向端部から、具体的には最端部より45mmの位置を中心として、幅30mmの試験片を採取し、JIS C2550に規定された繰返し曲げ試験において、6回未満で亀裂が生じたものを不良とした(以下の実施例でも同様)。なお、コイルの幅方向中央部においてもベンド特性を同様に調査したが、結果は全て良好であった(表では中央部の測定結果は省略した)。

表 1

No.	純化焼鈍温度 (°C)	水素分圧 (atm)	残留窒素量 (ppm)	ベンド 特性	磁気特性 B ₈ (T)	備 考
1	1 1 6 0	0	3 0	良好	1.89	発明例
2	1 1 6 0	0. 2	3 2	良好	1.90	発明例
3	1 1 6 0	0. 4	3 1	良好	1.90	発明例
4	1 1 6 0	0. 6	3 3	良好	1.89	発明例
5	1 1 6 0	0. 8	2 9	良好	1.91	発明例
6	1 1 6 0	1. 0	3 0	不良	1.90	比較例
7	1 1 7 0	0	2 8	良好	1.90	発明例
8	1 1 7 0	0. 2	2 5	良好	1.89	発明例
9	1 1 7 0	0. 4	2 9	良好	1.90	発明例
10	1 1 7 0	0. 6	3 3	良好	1.89	発明例
11	1 1 7 0	0. 8	3 0	良好	1.91	発明例
12	1 1 7 0	1. 0	3 2	不良	1.90	比較例
13	1 1 8 0	0	2 8	良好	1.90	発明例
14	1 1 8 0	0. 2	2 6	良好	1.89	発明例
15	1 1 8 0	0. 4	2 6	良好	1.90	発明例
16	1 1 8 0	0. 6	2 7	不良	1.90	比較例
17	1 1 8 0	0. 8	2 9	不良	1.89	比較例
18	1 1 8 0	1. 0	2 6	不良	1.91	比較例

表 1 から、この発明の条件を満足する例では、コイルの幅方向端部においても優れたベンド特性が得られていることがわかる。

実施例 2

表 2-1 および表 2-2 に示す成分を含有し、Se を実質的に含有せず、残部は実質的に鉄および不可避免的不純物からなる鋼スラブを、1200°C の温度に加熱後、熱間圧延にて 2.2mm 厚の熱延板コイルとした。その後、1000°C の温度で 30 秒間の熱延板焼鈍を施し、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延して最終板厚 0.28mm とした。次いで、脱脂処理を行い、No.42 鋼以外は均熱温度 840 °C で 120 秒間保持する脱炭焼鈍を施した。その後、MgO を 90mass%、TiO₂ を 10mass% 含有する焼鈍分離剤を塗布してから、冷延鋼帯コイルにバッチ焼鈍型の最終仕上焼鈍を施し製品板とした。ただし No.43 鋼には Al₂O₃ からなる焼鈍分離剤を塗布した。

最終仕上焼鈍に際しては、850 °C にて約 50 時間保持する二次再結晶焼鈍から表 2

— 1 および表 2 — 2 に示す種々の純化焼鈍温度までを $25^{\circ}\text{C}/\text{h}$ の速度で昇温し、該温度にて 5 時間均熱する純化焼鈍とを施した。ここで、純化焼鈍温度が 1170°C を超える場合は 1170°C を超える温度域での、また純化焼鈍が 1170°C 以下の場合は 1050°C 以上の温度域での、雰囲気中の水素分圧を表 2 — 1 および表 2 — 2 の各値に調整した。なお、前記雰囲気中の全圧は 1.0atm とし、残部ガスは Ar とした。ただし、No.44 鋼においては、全圧を 1.1atm とした。また No.45 鋼においては残部ガスは、10 体積% の窒素および残部 Ar ガスとした。

かくして得られた製品板の磁気特性およびベンド特性について調査した結果を、表 2 — 1 および表 2 — 2 に示す。なお、製品板において、C (No.42 鋼を除く)、Al、S、Se および N は 15ppm 未満の含有量であった。

実施例 1 と同様、ベンド特性はコイルの幅方向端部についての結果を表 2 — 1 および表 2 — 2 に示す。幅方向中央部についてはいずれの鋼板も、ベンド特性は良好であった。

表 2-1

No.	C (mass%)	Si (mass%)	Mn (mass%)	sol.Al (ppm)	N (ppm)	S (ppm)	Sb (mass%)	純化焼鈍 温度 (°C)	水分圧 (atm)	バンド 特性	磁気特性 B ₈ (T)	備 考
1	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	0	良好	1.90	発明例
2	0.04	3.25	0.07	55	49	20	0.002	1180	0.2	良好	1.90	発明例
3	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	0.4	良好	1.91	発明例
4	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	0.6	不良	1.88	比較例
5	0.04	3.25	0.07	48	50	20	0.002	1180	0.8	不良	1.89	比較例
6	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1180	1.0	不良	1.89	比較例
7	0.04	3.25	0.07	47	50	20	0.002	1160	0	良好	1.90	発明例
8	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1160	0.2	良好	1.91	発明例
9	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.002	1160	0.4	良好	1.89	発明例
10	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1160	0.6	良好	1.90	発明例
11	0.04	3.25	0.07	52	50	20	0.002	1160	0.8	良好	1.88	発明例
12	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.002	1160	1.0	不良	1.90	比較例
13	0.04	3.25	0.07	47	50	20	0.005	1180	0	良好	1.89	発明例
14	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.005	1180	0.2	良好	1.91	発明例
15	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.005	1180	0.4	不良	1.90	比較例
16	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.005	1180	0.6	不良	1.90	比較例
17	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.005	1180	0.8	不良	1.91	比較例
18	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.005	1180	1.0	不良	1.89	比較例
19	0.04	3.25	0.07	47	50	20	0.050	1160	0	良好	1.90	発明例
20	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.050	1160	0.2	良好	1.88	発明例
21	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1160	0.4	良好	1.90	発明例
22	0.04	3.25	0.07	47	50	20	0.050	1160	0.6	良好	1.89	発明例
23	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1160	0.8	不良	1.90	比較例
24	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.050	1160	1.0	不良	1.88	比較例

表 2 - 2

Na	C (mass%)	Si (mass%)	Mn (mass%)	sol.Al (ppm)	N (ppm)	S (ppm)	Sb (mass%)	純化焼鈍 温度 (°C)	水分圧 (atm)	バンド 特性	磁気特性 B ₈ (T)	備 考
25	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1180	0	良好	1.90	発明例
26	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1180	0.2	良好	1.88	発明例
27	0.04	3.25	0.07	47	50	20	0.050	1180	0.4	不良	1.88	比較例
28	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1180	0.6	不良	1.89	比較例
29	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.050	1180	0.8	不良	1.88	比較例
30	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.050	1180	1.0	不良	1.88	比較例
31	0.04	2.10	0.07	60	45	20	<0.001	1180	0	良好	1.90	発明例
32	0.04	7.80	0.07	60	45	20	<0.001	1180	0	良好	1.86	発明例
33	0.04	3.25	0.01	90	35	20	<0.001	1180	0	良好	1.91	発明例
34	0.04	3.25	2.55	90	35	20	<0.001	1180	0	良好	1.90	発明例
35	0.03	3.00	0.05	65	25	20	<0.001	1060	0.8	良好	1.89	発明例
36	0.05	3.50	0.10	65	25	20	<0.001	1200	0.2	良好	1.88	発明例
37	0.04	3.25	0.07	92	45	20	<0.001	1180	0	良好	1.90	発明例
38	0.04	3.25	0.07	80	23	20	<0.001	1180	0	良好	1.90	発明例
39	0.04	3.00	0.07	70	30	40	<0.001	1180	0	良好	1.88	発明例
40	0.04	3.00	0.07	70	30	50	<0.001	1180	0	良好	1.87	発明例
41	0.07	3.00	0.07	85	35	20	<0.001	1180	0	良好	1.90	発明例
42	0.003	3.00	0.07	80	40	20	<0.001	1180	0	良好	1.89	発明例
43	0.04	3.25	0.07	60	30	20	<0.001	1180	0.2	良好	1.90	発明例
44	0.03	3.25	0.06	75	45	20	<0.001	1180	0.2	良好	1.89	発明例
45	0.03	3.50	0.06	75	50	20	<0.001	1180	0.4	良好	1.89	発明例
46	0.03	3.25	0.06	75	40	20	<0.001	1180	0.4	良好	1.89	発明例
47	0.03	3.25	0.06	75	45	20	<0.001	1180	0.3	良好	1.88	発明例

表2-1および表2-2から、この発明の条件を満足する例では、コイルの幅方向端部においても優れたベンド特性が得られていることがわかる。とくに、Sbを0.005mass%以上添加した場合には、純化焼鈍における水素の上限をより厳しく制限することが好ましいことがわかる。

実施例3

表3に示す成分組成を含有し、Seを実質的に含有せず、残部は実質的に鉄および不可避免的不純物からなる鋼スラブを、1200℃の温度に加熱後、熱間圧延し、2.2 mm厚の熱延板コイルとした。この熱延板に、1000℃の温度で30秒間の熱延板焼鈍を施し、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延し、最終板厚0.28mmとした。その後、脱脂処理を行い、均熱温度840℃で120秒間保持する脱炭焼鈍の後、MgOを90mass%、TiO₂を10mass%含有する焼鈍分離剤を塗布してから、冷延鋼帯コイルにバッチ焼鈍型の最終仕上焼鈍を施し製品板とした。

最終仕上焼鈍に際しては、850℃にて約50時間保持する二次再結晶焼鈍と、引き続き1160℃まで25℃/hで昇温した後、1160℃で5時間均熱する純化焼鈍とを施した。ここで、1050℃以上の温度域における水素分圧を表3に従い0～1.0atm（全圧：1.0atm）まで変化させた。なお、残部ガスはArとした。

かくして得られた製品板の磁気特性およびベンド特性について調査した結果を、表3に示す。なお、製品板において、C、Al、S、SeおよびNは15ppm未満の含有量であった。

実施例1と同様、ベンド特性はコイルの幅方向端部についての結果を表3に示す。幅方向中央部についてはいずれの鋼板も、ベンド特性は良好であった。

表 3

No.	C (mass%)	Si (mass%)	Mn (mass%)	sol.Al (ppm)	N (ppm)	S (ppm)	Sb (mass%)	P (mass%)	Cr (mass%)	Bi (mass%)	その他成分 (mass%)	水分圧 (atm)	バンド 特性	磁気特性 Bg(T)	備考
1	0.04	3.25	0.07	50	50	20	0.02	—	—	—	—	0.2	良好	1.90	発明例
2	0.04	3.25	0.07	55	50	20	0.02	—	—	—	—	0.8	不良	1.90	比較例
3	0.04	3.25	0.07	50	50	20	—	0.02	—	—	—	0.2	良好	1.91	発明例
4	0.04	3.25	0.07	50	50	20	—	0.02	—	—	—	1.0	不良	1.88	比較例
5	0.04	3.25	0.07	48	50	20	0.02	—	0.02	—	—	0.6	良好	1.89	発明例
6	0.04	3.25	0.07	50	50	20	—	—	—	0.03	—	0.2	良好	1.89	発明例
7	0.04	3.25	0.07	47	50	20	—	—	—	0.03	—	1.0	不良	1.90	比較例
8	0.04	3.25	0.07	50	50	20	—	0.30	—	—	—	0.2	良好	1.91	発明例
9	0.04	3.25	0.07	53	50	20	0.40	0.20	—	—	—	0.4	不良	1.89	比較例
10	0.04	3.25	0.07	50	49	20	—	—	—	0.60	—	0.6	不良	1.90	比較例
11	0.04	3.25	0.07	52	50	20	0.20	0.30	—	—	—	0.8	不良	1.88	比較例
12	0.03	3.20	0.09	60	47	30	—	—	—	—	As: 0.01, Te: 0.02, Hg: 0.01	0.6	良好	1.88	発明例
13	0.05	3.30	0.05	58	43	25	—	—	—	—	Pb: 0.01, Zn 0.01, Cd: 0.02	0.6	良好	1.88	発明例
14	0.04	3.30	0.07	60	30	20	0.03	—	—	—	Ni: 0.1	0.2	良好	1.90	発明例
15	0.04	3.30	0.07	65	30	20	0.03	—	—	—	Cu: 0.2	0.2	良好	1.89	発明例
16	0.04	3.30	0.07	70	30	20	0.03	—	—	—	Ni: 0.7, Cu: 0.2	0.2	良好	1.90	発明例
17	0.04	3.30	0.07	80	45	20	—	—	—	—	Sn: 0.4	0.2	良好	1.89	発明例
18	0.04	3.30	0.07	70	40	20	—	—	—	—	Sn: 0.1	0.2	良好	1.89	発明例
19	0.04	3.30	0.07	90	45	20	—	—	—	—	Sn: 0.05	0.2	良好	1.90	発明例

表3に示されるように、この発明の条件を満足する例では優れたベンド特性を得られている。

実施例4

実施例1と同じ成分組成になる鋼スラブを、1200℃の温度に加熱後、熱間圧延し、2.4mm厚の熱延板コイルとした。この熱延板に熱延板焼鈍を施すことなく、鋼板表面のスケールを除去したのち、タンデム圧延機により冷間圧延し、最終板厚0.28mmとした。

冷間圧延は、2回に分けて行い、1回目の冷間圧延を鋼板温度80℃で施して板厚1.6mmとした後、1000℃で60秒の中間焼鈍を施し、その後、鋼板温度200℃で2回目の冷間圧延を施した。

その後、脱脂処理を行い、均熱温度840℃で120秒間保持する脱炭焼鈍の後、MgOを主体とする焼鈍分離剤を塗布してから、コイルに最終仕上焼鈍を施し製品板とした。

最終仕上焼鈍に際しては、少なくとも900℃から、1160℃までを12.5℃/hで昇温し、1160℃で5時間均熱するサイクルを採用した。ここで、約900℃～約1050℃の間の昇温域が二次再結晶焼鈍に該当し、その後の昇温および均熱は純化焼鈍に該当する。焼鈍に際して、1050℃以上における水素分圧は0.6atm（全圧：1.0atm）とした。製品板のC、Al、S、SeおよびNの含有量は15ppm未満であった。

得られた鋼板のベンド特性は、コイルの幅方向中央部、端部とも良好であった。また、磁束密度 B_8 は1.87Tであった。

産業上の利用の可能性

この発明によれば、インヒビターを用いることなく方向性電磁鋼板を製造した際の、とくに製品板におけるベンド特性を改善することができるため、被膜特性に優れた方向性電磁鋼板を安定して提供し得る。

請求の範囲

1. C : 0.08mass%以下、Si : 2.0 ~ 8.0 mass%およびMn : 0.005 ~ 3.0 mass%を含む鋼スラブを圧延して冷延鋼板とし、
次いで必要に応じて脱炭焼鈍を行い、
その後必要に応じて焼鈍分離剤を塗布し、
二次再結晶焼鈍を施し、
引き続き純化焼鈍を施す工程を含む方向性電磁鋼板の製造方法において、
前記鋼スラブはAlを100ppm未満、N、SおよびSeをそれぞれ50ppm以下に低減した成分組成を有し、該純化焼鈍を1050℃以上の温度域で施すとともに、
この純化焼鈍温度が1170℃を超える場合は、1170℃を超える温度域における雰囲気の水素分圧を0.4 atm 以下に、
また、この純化焼鈍温度が1170℃以下の場合は、1050℃以上の温度域における雰囲気の水素分圧を0.8 atm 以下に、
それぞれ調整することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。
2. 請求項1において、鋼スラブが、さらに、Ni : 0.005 ~ 1.50mass%およびCu : 0.01 ~ 1.50mass%のいずれか1種または2種を含有する成分組成を有することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。
3. 請求項1において、鋼スラブが、さらに、Cr、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で0.0050 ~ 0.50mass%にて含有し、かつ、
前記純化焼鈍温度が1170℃を超える場合は、1170℃を超える温度域における雰囲気の水素分圧を0.2 atm 以下に、
また、前記純化焼鈍温度が1170℃以下の場合は、1050℃以上の温度域における雰囲気の水素分圧を0.6 atm 以下に、
それぞれ調整することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

4. 請求項1において、鋼スラブが、さらに、As、Te、Sb、Sn、P、Bi、Hg、Pb、ZnおよびCdのいずれか1種または2種以上を合計で0.0050~0.50mass%にて含有し、かつ、

前記純化焼鈍温度が1170℃を超える場合は、1170℃を超える温度域における雰囲気の水素分圧を0.2 atm 以下に、

また、前記純化焼鈍温度が1170℃以下の場合は、1050℃以上の温度域における雰囲気の水素分圧を0.6 atm 以下に、

それぞれ調整することを特徴とする方向性電磁鋼板の製造方法。

5. MgO を主成分とする焼鈍分離剤を、前記焼鈍分離剤として前記冷延鋼板に塗布することを特徴とする請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

6. 前記圧延が、

前記鋼スラブに熱間圧延を施し、

その後必要に応じて熱延板焼鈍を施し、

さらに1回の冷間圧延か、または中間焼鈍を挟む2回以上の冷間圧延を施して、前記冷延鋼板とする工程を含むことを特徴とする、請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

7. 前記純化焼鈍における前記雰囲気中の窒素が体積分率で50%未満である、請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

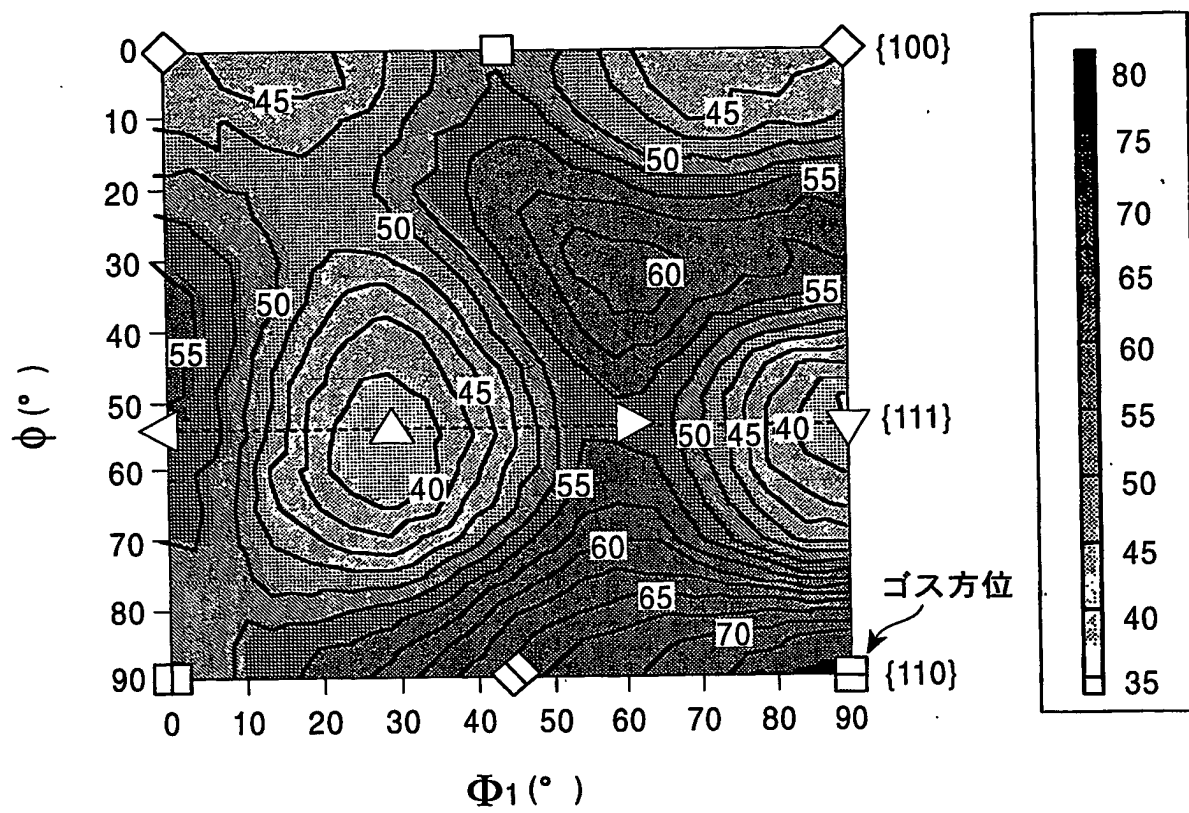
8. 前記圧延が、冷延鋼帯を得る冷間圧延工程を含み、該冷延鋼帯に前記二次再結晶焼鈍および前記純化焼鈍を施して帯状の(strip-shaped) 方向性電磁鋼板を得ることを特徴とする、請求項1に記載の方向性電磁鋼板の製造方法。

9. 請求項8の方法で製造される、帯状の(strip-shaped) 方向性電磁鋼板。

10. 最終仕上焼鈍および平坦化工程を施して得られる、Si : 2.0 ~8.0 mass%、Mn : 0.005 ~3.0 mass%およびN : 35ppm以下を含む成分組成を有する帯状の(strip

-shaped) 方向性電磁鋼板であって、幅方向の全域に渡り、JIS C 2550記載の試験方法による繰返し曲げ回数が6回以上であることを特徴とする、方向性電磁鋼板。

図 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/13692

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C21D8/12, C22C38/00, 38/04, 38/60, H01F1/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C21D8/12, 9/46, C22C38/00-60, H01F1/16-18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2001-107147 A (KAWASAKI STEEL CORP.), 17 April, 2001 (17.04.01), Examples; Fig. 1 (Family: none)	9, 10
P, X	JP 2003-49250 A (KAWASAKI STEEL CORP.), 21 February, 2003 (21.02.03), Example (Family: none)	9, 10
A	EP 607440 A1 (NIPPON STEEL CORP.), 27 July, 1994 (27.07.94), & JP 5-311237 A & JP 6-100927 A & KR 9610596 B1 & US 5782998 A & WO 93/23577 A1	1-10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
--	---

Date of the actual completion of the international search
23 January, 2004 (23.01.04)

Date of mailing of the international search report
03 February, 2004 (03.02.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/13692

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 535651 A1 (KAWASAKI STEEL CORP.), 07 April, 1993 (07.04.93), & JP 5-195072 A & KR 9509760 B1 & US 5318639 A	1-10

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C21D8/12, C22C38/00, 38/04, 38/60, H01F1/16

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C21D8/12, 9/46, C22C38/00-60, H01F1/16-18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2004年

日本国登録実用新案公報 1994-2004年

日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2001-107147 A (川崎製鉄株式会社) 2001. 04. 17, 実施例, 図1 (ファミリーなし)	9, 10
P, X	JP 2003-49250 A (川崎製鉄株式会社) 2003. 02. 21, 実施例 (ファミリーなし)	9, 10

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23. 01. 2004

国際調査報告の発送日

03. 2. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

佐藤 陽一

4 K

9731

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	EP 607440 A1 (NIPPON STEEL CORPORATION) 1994. 07. 27 &JP 5-311237 A &JP 6-100927 A &KR 9610596 B1 &US 5782998 A &WO 93/23577 A1	1-10
A	EP 535651 A1 (KAWASAKI STEEL CORPORATION) 1993. 04. 07 &JP 5-195072 A &KR 9509760 B1 &US 5318639 A	1-10